

10/504820  
Rec'd PCT/PTO 17 AUG 2004  
PCT/JP 03/13568 #2

日 本 国 特 許 庁  
JAPAN PATENT OFFICE

23.10.03

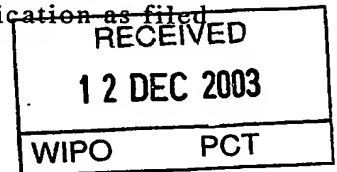
別紙添付の書類に記載されている事項は下記の出願書類に記載されている事項と同一であることを証明する。

This is to certify that the annexed is a true copy of the following application as filed with this Office.

出 願 年 月 日  
Date of Application: 2002年10月24日

出 願 番 号  
Application Number: 特願2002-309392  
[ST. 10/C]: [JP2002-309392]

出 願 人  
Applicant(s): 帝人デュポンフィルム株式会社

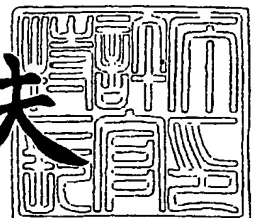


PRIORITY DOCUMENT  
SUBMITTED OR TRANSMITTED IN  
COMPLIANCE WITH  
RULE 17.1(a) OR (b)

2003年11月27日

特許庁長官  
Commissioner,  
Japan Patent Office

今井康夫



BEST AVAILABLE COPY

【書類名】 特許願

【整理番号】 P36136

【提出日】 平成14年10月24日

【あて先】 特許庁長官殿

【国際特許分類】 B29C 55/12

【発明者】

【住所又は居所】 神奈川県相模原市小山3丁目37番19号 帝人デュポンフィルム株式会社 相模原研究センター内

【氏名】 小林 家康

【発明者】

【住所又は居所】 神奈川県相模原市小山3丁目37番19号 帝人デュポンフィルム株式会社 相模原研究センター内

【氏名】 室 伸次

【特許出願人】

【識別番号】 301020226

【氏名又は名称】 帝人デュポンフィルム株式会社

【代理人】

【識別番号】 100077263

【弁理士】

【氏名又は名称】 前田 純博

【選任した代理人】

【識別番号】 100099678

【弁理士】

【氏名又は名称】 三原 秀子

【手数料の表示】

【予納台帳番号】 135162

【納付金額】 21,000円

【提出物件の目録】

【物件名】 明細書 1

【物件名】 図面 1

【物件名】 要約書 1

【包括委任状番号】 0104176

【包括委任状番号】 0203438

【プルーフの要否】 要

【書類名】 明細書

【発明の名称】 二軸配向ポリエステルフィルム

【特許請求の範囲】

【請求項1】 ポリエステルを主たる構成成分とする二軸配向ポリエステルフィルムであって、該フィルム両面の長手方向における中心線平均粗さ（ $R_a$ ）がそれぞれ2～10 nmの範囲であり、フィルム中に含有される微粒子の凝集率が30%以下であり、フィルムの長手方向を $0^\circ$  方向とし、フィルム平面上で平面に向かって右廻りに方向を $10^\circ$  刻みに変えて定まる $0^\circ$  方向乃至 $170^\circ$  方向の各方向においてフィルムのヤング率が5 GPa以上、ヤング率の最大値と最小値の差が1 GPa以下であり、かつ該フィルムの $0^\circ$  方向乃至 $170^\circ$  方向の各方向の熱収縮率（ $105^\circ\text{C}$ 、30分）が0.6%以下、熱収縮率の最大値と最小値の差が0.3%以下であることを特徴とするフレキシブルディスクに用いる二軸配向ポリエステルフィルム。

【請求項2】 ポリエステルが、ポリエステル可溶チタン化合物をチタン金属元素として2～10ミリモル%含有し、かつ下記式（1）を満足し、更にチタン金属元素以外の触媒起因の金属元素を実質的に含まない請求項1に記載の二軸配向ポリエステルフィルム。

【数1】

$$0.5 \leq P/Ti \leq 10 \quad \dots (1)$$

（ここで、 $Ti$  はポリエステル中に含有されるポリエステル可溶チタン化合物のチタン金属元素の濃度（ミリモル%）、 $P$  はポリエステル中に含有されるリン化合物のリン元素の濃度（ミリモル%）を示す。）

【請求項3】 ポリエステルが、ポリエステル可溶チタン化合物をチタン金属元素として2～10ミリモル%含有し、かつ下記式（2）を満足し、更にチタン金属元素以外の触媒起因の金属元素を実質的に含まない請求項1に記載の二軸配向ポリエステルフィルム。

【数2】

$$5 \leq Ti + P \leq 100 \quad \dots (2)$$

（ここで、 $Ti$  はポリエステル中に含有されるポリエステル可溶チタン化合物の

チタン金属元素の濃度（ミリモル％）、Pはポリエステル中に含有されるリン化合物のリン元素の濃度（ミリモル％）を示す。）

【請求項4】 ポリエステルが、ポリエステル可溶チタン化合物をチタン金属元素として2～10ミリモル％含有し、かつ前記式（1）および式（2）を満足し、更にチタン金属元素以外の触媒起因の金属元素を実質的に含まない請求項1に記載の二軸配向ポリエステルフィルム。

【請求項5】 ポリエステルがポリエチレン-2，6-ナフタレートである請求項1に記載の二軸配向ポリエステルフィルム。

【請求項6】 フィルムの厚みが20～80 $\mu\text{m}$ である請求項1に記載の二軸配向ポリエステルフィルム。

【請求項7】 フィルム中に含有される微粒子が、平均粒径0.01～0.5 $\mu\text{m}$ の微粒子で含有量0.1～0.5重量％である請求項1に記載の二軸配向ポリエステルフィルム。

【請求項8】 微粒子が球状シリカ微粒子あるいは架橋有機微粒子から選択された微粒子である請求項7に記載の二軸配向ポリエステルフィルム。

【請求項9】 フィルム中に含有される微粒子が、平均粒径0.01～0.5 $\mu\text{m}$ の微粒子（A）で含有量0.1～0.5重量％と平均粒径0.1～1.0 $\mu\text{m}$ の微粒子（B）で含有量0.001～0.1重量％である請求項1に記載の二軸配向ポリエステルフィルム。

【請求項10】 微粒子（A）、微粒子（B）がそれぞれ球状シリカ微粒子あるいは架橋微粒子から選択された微粒子である請求項9に記載の二軸配向ポリエステルフィルム。

【請求項11】 フィルムの両面に平均粒径10～200nmのコロイド粒子を含有する易接着層が設けられ、該易接着層の樹脂成分がスルホン酸塩基を有する水分散性ポリエステル樹脂を主成分とする請求項1に記載の二軸配向ポリエステルフィルム。

【発明の詳細な説明】

【0001】

【発明の属する技術分野】

本発明はフレキシブルディスク用二軸配向ポリエステルフィルムに関し、更に詳しくはドロップアウト（D/O）等のエラーや、加工時、加工後の寸法変化が少なく、電磁変換特性に優れたフロッピーディスク等のフレキシブルディスク、特に高密度磁気ディスクに有用な二軸配向ポリエステルフィルムに関する。

#### 【0002】

##### 【従来の技術】

二軸配向ポリエチレンテレフタレートフィルム、ポリエチレンナフタレートフィルムに代表される二軸配向ポリエステルフィルムは、その優れた物理的、化学的特性の故に特に磁気記録媒体のベースフィルムとして広く用いられている。

#### 【0003】

一方、パーソナルコンピューター等の普及とともに記憶装置としてのフロッピーディスクドライブ装置およびフロッピーディスクは広く普及し、また、近年、画像データなどデータ量の増大に伴い、フロッピーディスクの大容量化、高密度化が求められている。

#### 【0004】

これに伴い、使用されるベースフィルムも、表面性がより平坦で、フィルムに添加する粒子サイズもより小さく、また添加量もより少なくすることが求められている。この問題を解決するため、ポリエステルに配合する粒子サイズを小さくすることにより、表面粗さを特定の範囲とするポリエステルフィルムが提案されている（例えば、特開2000-289105号公報：特許文献1）。

#### 【0005】

しかし、粒子サイズを小さくすることに伴い、粒子の凝集が起こりやすくなり、これが凝集突起を形成し、エラー（D/O）の原因となるようになった。またヘッド当たりの関係からより高強度のものが要求されるとともに、寸法安定性の観点から、より熱収縮率の小さいものが要求されている。

#### 【0006】

##### 【特許文献1】

特開2000-289105号公報

#### 【0007】

**【発明が解決しようとする課題】**

本発明の目的は、表面が平坦で、かつ微粒子の凝集による粗大突起が少なく、高強度でかつ熱収縮率が小さく、フレキシブルディスク、特に高密度磁気ディスク用ベースフィルムとして、エラー（D/O）が少なく、ヘッド当たり、また寸法安定性に優れたベースフィルムを提供することにある。

**【0008】****【課題を解決するための手段】**

本発明の目的は、本発明によれば、

[1] ポリエステルを主たる構成成分とする二軸配向ポリエステルフィルムであって、該フィルム両面の長手方向における中心線平均粗さ（R<sub>a</sub>）がそれぞれ2～10nmの範囲であり、フィルム中に含有される微粒子の凝集率が30%以下であり、フィルムの長手方向を0°方向とし、フィルム平面上で平面に向かって右廻りに方向を10°刻みに変えて定まる0°方向乃至170°方向の各方向においてフィルムのヤング率が5GPa以上、ヤング率の最大値と最小値の差が1GPa以下であり、かつ該フィルムの0°方向乃至170°方向の各方向の熱収縮率（105℃、30分）が0.6%以下、熱収縮率の最大値と最小値の差が0.3%以下であることを特徴とするフレキシブルディスクに用いる二軸配向ポリエステルフィルムにより達成される。

**【0009】**

更に、本発明の二軸配向ポリエステルフィルムは、以下の態様をとることが好ましい。

**【0010】**

[2] ポリエステルが、ポリエステル可溶チタン化合物をチタン金属元素として2～10ミリモル%含有し、かつ下記式（1）を満足し、更にチタン金属元素以外の触媒起因の金属元素を実質的に含まない[1]に記載の二軸配向ポリエステルフィルム。

**【0011】****【数3】**

$$0.5 \leq P/Ti \leq 10 \quad \cdots (1)$$

(ここで、Ti はポリエステル中に含有されるポリエステル可溶チタン化合物のチタン金属元素の濃度(ミリモル%)、P はポリエステル中に含有されるリン化合物のリン元素の濃度(ミリモル%)を示す。)

[3] ポリエステルが、ポリエステル可溶チタン化合物をチタン金属元素として2～10ミリモル%含有し、かつ下記式(2)を満足し、更にチタン金属元素以外の触媒起因の金属元素を実質的に含まない[1]に記載の二軸配向ポリエステルフィルム。

【0012】

【数4】

$$5 \leq Ti + P \leq 100 \quad \dots (2)$$

(ここで、Ti はポリエステル中に含有されるポリエステル可溶チタン化合物のチタン金属元素の濃度(ミリモル%)、P はポリエステル中に含有されるリン化合物のリン元素の濃度(ミリモル%)を示す。)

[4] ポリエステルが、ポリエステル可溶チタン化合物をチタン金属元素として2～10ミリモル%含有し、かつ前記式(1)および式(2)を満足し、更にチタン金属元素以外の触媒起因の金属元素を実質的に含まない[1]に記載の二軸配向ポリエステルフィルム。

【0013】

[5] ポリエステルがポリエチレン-2,6-ナフタレートである[1]に記載の二軸配向ポリエステルフィルム。

【0014】

[6] フィルムの厚みが20～80 $\mu$ mである[1]に記載の二軸配向ポリエステルフィルム。

【0015】

[7] フィルム中に含有される微粒子が、平均粒径0.01～0.5 $\mu$ mの微粒子で含有量0.1～0.5重量%である[1]に記載の二軸配向ポリエステルフィルム。

【0016】

[8] 微粒子が球状シリカ微粒子あるいは架橋有機微粒子から選択された微粒



子である [7] に記載の二軸配向ポリエステルフィルム。

【0017】

[9] フィルム中に含有される微粒子が、平均粒径  $0.01 \sim 0.5 \mu\text{m}$  の微粒子 (A) で含有量  $0.1 \sim 0.5$  重量% と平均粒径  $0.1 \sim 1.0 \mu\text{m}$  の微粒子 (B) で含有量  $0.001 \sim 0.1$  重量% である [1] に記載の二軸配向ポリエステルフィルム。

【0018】

[10] 微粒子 (A)、微粒子 (B) がそれぞれ球状シリカ微粒子あるいは架橋微粒子から選択された微粒子である [9] に記載の二軸配向ポリエステルフィルム。

【0019】

[11] フィルムの両面に平均粒径  $10 \sim 200 \text{ nm}$  のコロイド粒子を含有する易接着層が設けられ、該易接着層の樹脂成分がスルホン酸塩基を有する水分散性ポリエステル樹脂を主成分とする [1] に記載の二軸配向ポリエステルフィルム。

【0020】

【発明の実施の形態】

以下、本発明を詳細に説明する。

【0021】

[ポリエステル]

本発明におけるポリエステルは、芳香族ジカルボン酸成分とグリコール成分のエステル単位から主としてなるフィルム形成性の線状ポリエステルである。

【0022】

本発明におけるポリエステルの構成する主たる酸成分はテレフタル酸もしくはナフタレン-2, 6-ジカルボン酸であることが好ましく、グリコール成分はエチレングリコールであることが好ましい。

【0023】

本発明におけるポリエステルは、本質的にポリエチレンテレフタレートあるいはポリエチレン-2, 6-ナフタレートの性質を失わないポリエステルやポリエ

ステル組成物を包含し、例えばポリエチレンテレフタレートホモポリマー、エチレンテレフタレート単位が50重量%以上、さらには70重量%以上である共重合体や他種ポリマーとの混合体、また、ポリエチレン-2,6-ナフタレートホモポリマー、エチレン-2,6-ナフタレート単位が50重量%以上、さらには70重量%以上である共重合体や他種ポリマーとの混合体を包含する。これらの中、特にエチレン-2,6-ナフタレート系ポリエステルが好ましい。

#### 【0024】

この共重合成分としては、テレフタル酸（主成分がナフタレン-2,6-ジカルボン酸の場合）、ナフタレン-2,6-ジカルボン酸（主成分がテレフタル酸の場合）、ナフタレン-2,7-ジカルボン酸、ナフタレン-1,5-ジカルボン酸、フタル酸、イソフタル酸、ジフェニルスルホンジカルボン酸、ベンゾフェノンジカルボン酸、4,4'-ジフェニルジカルボン酸、ジフェニルエーテルジカルボン酸などの芳香族ジカルボン酸；コハク酸、シュウ酸、アジピン酸、セバシン酸、ドデカンジカルボン酸などの脂肪族ジカルボン酸；ヘキサヒドロテレフタル酸、1,3-アダマンタンジカルボン酸等の脂環族ジカルボン酸；p-オキシ安息香酸、p-オキシエトキシ安息香酸等のオキシカルボン酸；ジエチレングリコール、トリメチレングリコール、テトラメチレングリコール、ヘキサメチレングリコール、ネオペンチルグリコール、1,4-シクロヘキサンジメタノール等のグリコールを挙げることができる。

#### 【0025】

また、本発明におけるポリエステルは、例えば安息香酸、メトキシポリアルキレングリコール等の単官能性化合物によって末端の水酸基及び／又はカルボキシル基の一部または全部を封鎖したものであってもよく、或いはグリセリン、ペンタエリスリトール、トリメリット酸、ピロメリット酸等のような3官能以上の多官能性化合物成分を極小量（実質的に線状のポリマーが得られる範囲）共重合したものであってもよい。

#### 【0026】

本発明において、ポリエステルの重合に用いられる触媒は、チタン化合物であることが好ましい。このチタン化合物は、触媒起因の異物低減および透明性向上

の点で、ポリエステルに可溶なチタン化合物（ポリエステル可溶チタン化合物）を使用することが好ましい。チタン化合物としては、特に限定されないが、ポリエステルの重縮合触媒として一般的なチタン化合物、例えば、酢酸チタンやテトラ-*n*-ブトキシチタンなどが挙げられる。このうち特に望ましいのは、下記一般式（I）で表わされる化合物、もしくは一般式（I）で表わされる化合物と下記一般式（II）で表わされる芳香族多価カルボン酸またはその無水物とを反応させた生成物である。

【0027】

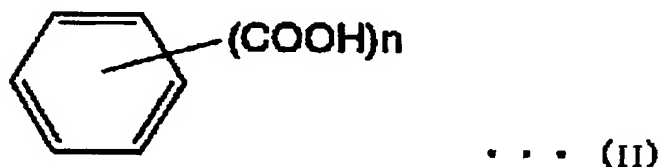
【化1】



（上記式中、Rはアルキル基および／またはフェニル基を示す）

【0028】

【化2】



【0029】

（上記式中、*n*は2～4の整数を表わす）

一般式（I）で表わされるテトラアルコキサイドチタンとしては、Rがアルキル基および／またはフェニル基であれば特に限定されないが、テトライソプロポキシチタン、テトラプロポキシチタン、テトラ-*n*-ブトキシチタン、テトラエトキシチタン、テトラフェノキシチタンなどが好ましく用いられる。また、かかるチタン化合物として反応させる一般式（II）で表される芳香族多価カルボン酸またはその無水物としては、フタル酸、トリメリット酸、ヘミメリット酸、ピロメリット酸およびこれらの無水物が好ましく用いられる。上記チタン化合物と芳香族多価カルボン酸またはその無水物とを反応させる場合には、溶媒に芳香族多価カルボン酸またはその無水物の一部とを溶解し、これにチタン化合物を滴下し、0～200℃の温度で30分以上反応させれば良い。

【0030】

本発明におけるポリエステルにはポリエステルにポリエステル可溶チタン化合物がチタン金属元素として2～15ミリモル%含有されることが好ましい。特に好ましくは3～10ミリモル%の範囲である。ポリエステル中のチタン金属元素が2ミリモル%未満ではポリエステルの生産性が低下し、目標の分子量のポリエステルが得られないことがある。また、チタン金属元素が10ミリモル%を超える場合は熱安定性が逆に低下し、フィルム製造時の分子量低下が大きくなり目的のポリエステルが得られ難い。尚、ここで言うポリエステル可溶チタン化合物は、エステル交換反応による第一段階反応をする場合は、エステル交換反応触媒として使用されたチタン化合物と重縮合反応触媒として使用されたチタン化合物の合計を示す。

#### 【0031】

本発明におけるポリエステルは、チタン化合物を触媒とし、かつリン化合物を安定剤として製造され、そして下記式(1)、式(2)のいずれか一方あるいは両方を満足し、更にチタン金属元素以外の触媒起因の金属元素を実質的に含まないことが好ましい。

#### 【0032】

##### 【数5】

$$1 \leq P/Ti \leq 10 \quad \dots (1)$$

$$5 \leq Ti + P \leq 100 \quad \dots (2)$$

(上記式中、 $Ti$ はポリエステル中に含有されるポリエステル可溶チタン化合物のチタン金属元素の濃度(ミリモル%)、 $P$ はポリエステル中に含有されるリン化合物のリン元素の濃度(ミリモル%)を示す。)

#### 【0033】

さらに好ましくは、式(1)中の $(P/Ti)$ は4～10の範囲、式(2)中の $(Ti + P)$ は20～70の範囲である。

#### 【0034】

$(P/Ti)$ が1未満の場合、色相が著しく黄味を帯び、また熱劣化性が悪くなり好ましくない。また、 $(P/Ti)$ が10を超えるとポリエステルの重合反応性が大幅に低下し、目的のポリエステルの得ることができ難い。本発明におけ

るポリエステルにおいて、 $(P/Ti)$  の適正範囲は通常金属触媒よりも狭いことが特徴的であるが、適正範囲にある場合、本発明のごとく従来にない効果を得ることができる。一方、 $(Ti+P)$  が 5 に満たない場合は、静電印可法によるフィルム製膜プロセスにおける生産性が大きく低下し、またフィルム厚みの均一性も低下することに起因する成形加工性の低下や耐衝撃性の低下が生じ、満足な性能が得られなくなることがある。また、 $(Ti+P)$  が 100 を超える場合は、触媒に起因する異物が少量ではあるが発生し、ポリマーの透明性が低下してしまい、満足な性能が得られなくなることがある。

#### 【0035】

尚、本発明において“実質的に含まない”とは、重縮合触媒としてチタン化合物以外の触媒起因の金属化合物を使用せず、従って得られるポリエステルが、上記チタン化合物以外の触媒起因の金属化合物に由来する金属元素を含まないことを意味する。したがって、本発明におけるポリエステルは、重縮合触媒以外の目的をもって添加された金属化合物に由来する金属元素を含むことがあってもよい。

#### 【0036】

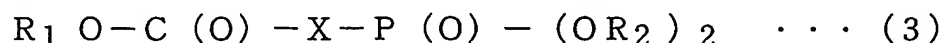
このような観点から、ポリエステル中のチタン化合物以外の触媒起因の金属化合物に由来する金属元素の量は、ポリエステル組成物の全繰返し単位のリットル数を基準として、高々 2 ミリモル%であり、好ましくは高々 1 ミリモル%、更に好ましくは高々 0.5 ミリモル%、特に好ましくは 0 ミリモル%である。

#### 【0037】

本発明において、用いられるリン化合物としては、リン酸、亜リン酸、ホスホン酸、ホスホネート化合物及びそれらの誘導体等を挙げることができる。これらは単独で使用してもよく、また二種以上併用してもよい。これらのリン化合物中、特に下記一般式 (3) で表されるホスホネート化合物が好ましい。

#### 【0038】

##### 【化 3】



(上記式中、 $R_1$  および  $R_2$  は、同じかまたは異なっていてよくかつ炭素数原子

数 1～4 のアルキル基を示し、X は、 $-\text{CH}_2-$  または  $-\text{CH}(\text{Y})$  を示す (Y は、ベンゼンリングを示す)

具体例としては、以下のホスホン酸のジメチルー、ジエチルー、ジプロピルーおよびジブチルエステルである。

#### 【0039】

このホスホン酸化合物としては、例えば、カルボメトキシメタンホスホン酸、カルボエトキシメタンホスホン酸、カルボプロポキシメタンホスホン酸、カルボプトキシメタンホスホン酸、カルボメトキシーホスホノーフェニル酢酸、カルボエトキシーホスホノーフェニル酢酸、カルボプロトキシーホスホノーフェニル酢酸、カルボプトキシーホスホノーフェニル酢酸を挙げることができる。

#### 【0040】

上記のホスホネート化合物の好ましい理由は、通常安定剤として使用されリン化合物に比較し、チタン化合物との反応が比較的緩やかに進行する為、チタン化合物の触媒活性が重縮合反応中において長時間持続し、結果としてポリエステルへの添加量が少なくできることである。また、本特許のように触媒に対し多量安定剤を添加する場合でも、ポリエステルの熱安定性を損ないにくい特性を有している為である。

#### 【0041】

これら、リン化合物の添加時期は、エステル交換反応またはエステル化反応が実質的に終了した後であればいつでもよく、例えば、重縮合反応を開始する以前の大気圧下でも、重縮合反応を開始した後の減圧下でも、重縮合反応の末期でもまた、重縮合反応の終了後、すなわちポリマーを得た後に添加してもよい。

#### 【0042】

一般的にエチレンテレフタレートの主たる繰返し単位とするポリエステルの原料としてテレフタル酸に代表される芳香族ジカルボン酸を用いる製造方法とジメチルテレフタレートに代表される芳香族ジカルボン酸のエステル形成性誘導体を原料として用いる二つの方法が知られている。本発明におけるポリエステルは、その製造方法により特に制限はないが、好ましくは原料物質としてジメチルテレフタレートが全ジカルボン酸成分の 80 mol % 以上である、エステル交換反

応を経由する製造方法である。ジメチルテレフタレート为原料物質に使用する製造方法は、テレフタル酸为原料とする製造方法に比較し、重縮合反応中に安定剤として添加したリン化合物の飛散が少ないという利点がある。

#### 【0043】

また、ジメチルテレフタレート为原料物質とする製造方法では、チタン化合物の添加量を低減できる、チタン化合物の一部および／または全量をエステル交換反応開始前に添加し、エステル交換反応触媒と重縮合反応触媒の二つ触媒を兼用させる製造方法が好ましく、更にエステル交換反応が、0.05～0.20 MPaの加圧下にて実施する方法がより好ましい。

#### 【0044】

エステル交換反応時の圧力が、0.05 MPa以下では、チタン化合物の触媒作用による反応の促進が充分部は無く、一方0.20 MPa以上では、副生成物として発生するジエチレングリコールのポリマー中の含有量が著しく増加し、ポリマーの熱安定性等の特性が劣ってしまう。

#### 【0045】

本発明におけるポリエステルのo-クロロフェノール中35℃で測定した固有粘度は0.40～0.90の範囲にあり、さらには0.50～0.85の範囲にあるのが望ましい。上記範囲より小さい固有粘度であると、安定した製膜が出来ず、逆に上記範囲より大きい固有粘度であると熔融ポリマーを押出し難くなる。

#### 【0046】

##### [二軸配向ポリエステルフィルム]

本発明の二軸配向ポリエステルフィルムは、フィルム中に含有する微粒子の凝集率が30%以下であることが必要である。この凝集率は、好ましくは20%以下、さらに好ましくは15%以下である。フィルム中に含有する微粒子の凝集率が30%より多いと、凝集突起によるエラー(D/O)、またフィルムおよびフロッピーディスク製造工程で、凝集突起が起点となり、フィルムが削れ、削れ粉によるエラー(D/O)が多くなり、高密度化に対応できない。

#### 【0047】

フィルム中に含有する微粒子の凝集率が30%以下とするには、例えば、微粒

子として平均粒径  $0.01 \sim 0.5 \mu\text{m}$  のものを用い、フィルムを構成するポリエステル中に可溶なチタン化合物をチタン金属元素として  $2 \sim 10$  ミリモル% 含有し、更にポリエステルに含有されるチタン化合物以外の触媒起因の金属元素を実質的に含まない熱可塑性ポリエステルを用いることにより達成できる。

#### 【0048】

尚、フィルム中に含有する微粒子の凝集率は、フィルム表面をプラズマエッチングし、走査型顕微鏡にて、倍率 3 万倍にて観察し、微粒子の凝集率を後述の方法により求める。

#### 【0049】

本発明の二軸配向ポリエステルフィルムは、さらに、フィルム両面の長手方向における中心線平均粗さ ( $R_a$ ) が  $2 \sim 10 \text{ nm}$ 、好ましくは  $3 \sim 10 \text{ nm}$  である。この表面粗さ ( $R_a$ ) が  $2 \text{ nm}$  未満ではフィルム製造時に極端に傷が発生しやすく、一方  $10 \text{ nm}$  を超えると、記録出力が低下するため好ましくない。なお、中心線平均粗さ ( $R_a$ ) について、易接着層がフィルム表面に積層されている場合は易接着層表面を測定した値を意味する。

#### 【0050】

本発明の二軸配向ポリエステルフィルムは、フィルムの長手方向の一方を  $0^\circ$  方向とし、フィルム平面上で平面に向かって右廻りに方向を  $10^\circ$  刻みに変えて定まる  $0^\circ$  方向乃至  $170^\circ$  方向の各方向 ( $0^\circ$  方向、 $20^\circ$  方向、 $30^\circ$  方向、 $40^\circ$  方向、 $50^\circ$  方向、 $60^\circ$  方向、 $70^\circ$  方向、 $80^\circ$  方向、 $90^\circ$  方向、 $100^\circ$  方向、 $110^\circ$  方向、 $120^\circ$  方向、 $130^\circ$  方向、 $140^\circ$  方向、 $150^\circ$  方向、 $160^\circ$  方向及び  $170^\circ$  方向の各方向) において、フィルムのヤング率が  $5 \text{ GPa}$  以上、ヤング率の最大値と最小値の差が  $1 \text{ GPa}$  以下であることが必要である。

#### 【0051】

上記のヤング率は、好ましくは  $6 \text{ GPa}$  以上である。このヤング率が  $5 \text{ GPa}$  よりも低いと、フロッピーディスクとしての腰が弱くなり、出力が低下し、エラーの原因となる。また上記、ヤング率の最大値と最小値の差は、好ましくは  $0.7 \text{ GPa}$  以下、さらに好ましくは  $0.5 \text{ GPa}$  以下である。最大値と最小値が、



1 GPa よりも大きいと、フロッピーディスクとしての円周方向のヘッド当たりが変わるため、出力変動の起こし、エラーの原因となる。

#### 【0052】

本発明の二軸配向ポリエステルフィルムは、更に、フィルムの長手方向の一方を  $0^\circ$  方向とし、フィルム平面上で平面に向かって右廻りに方向を  $10^\circ$  刻みに変えて定まる  $0^\circ$  方向乃至  $170^\circ$  方向の各方向 ( $0^\circ$  方向、 $20^\circ$  方向、 $30^\circ$  方向、 $40^\circ$  方向、 $50^\circ$  方向、 $60^\circ$  方向、 $70^\circ$  方向、 $80^\circ$  方向、 $90^\circ$  方向、 $100^\circ$  方向、 $110^\circ$  方向、 $120^\circ$  方向、 $130^\circ$  方向、 $140^\circ$  方向、 $150^\circ$  方向、 $160^\circ$  方向及び  $170^\circ$  方向の各方向) において  $105^\circ\text{C} \times 30$  分の熱収縮率が  $0.6\%$  以下であることが必要であり、好ましくは  $0.3\%$  以下、さらに好ましくは  $0.2\%$  以下である。

#### 【0053】

この熱収縮率が  $0.6\%$  より大きいと、磁性層を塗布した後のフレキシブルディスクの熱収縮率も大きくなり、平面性の悪化、またトラックズレが発生し、出力変動、また出力低下が発生し、エラー (D/O) 等のトラブルが生じる。

#### 【0054】

また、上記熱収縮率の最大値と最小値の差が  $0.3\%$  以下であることが必要であり、好ましくは  $0.2\%$  以下、さらに好ましくは  $0.1\%$  以下である。この熱収縮率の最大値と最小値の差が  $0.3\%$  より大きいと、トラックズレ等のトラブルが生じる。

#### 【0055】

本発明の二軸配向ポリエステルフィルムは、フレキシブルディスク用、特に高密度磁気記録フレキシブルディスク用として用いるので、フィルムの厚みは  $20 \sim 80 \mu\text{m}$ 、さらには  $25 \sim 70 \mu\text{m}$ 、特に  $25 \sim 60 \mu\text{m}$  であることが好ましい。これらはフィルムの厚さが  $20 \mu\text{m}$  未満ではディスクとしての剛性度が極端に低く、特に高密度記録方式の要請を充たすことが難しく、一方  $80 \mu\text{m}$  を超えると磁気ヘッドによる記録再生においてフィルムの柔軟性が不足するため好ましくない。

#### 【0056】

## 〔微粒子〕

本発明においては、二軸配向ポリエステルフィルムの前記表面粗さを満足させるために、該フィルム中に微粒子を含有させる。その際、該微粒子の平均粒径を  $0.01\text{ }\mu\text{m}$  以上  $1.0\text{ }\mu\text{m}$  以下の範囲、好ましくは  $0.05\text{ }\mu\text{m}$  以上  $0.6\text{ }\mu\text{m}$  以下の範囲、特に好ましくは  $0.1\text{ }\mu\text{m}$  以上  $0.4\text{ }\mu\text{m}$  以下の範囲から、また添加量は  $0.001\sim 0.5$  重量%の範囲、好ましくは  $0.005\sim 0.4$  重量%の範囲、特に好ましくは  $0.01\sim 0.3$  重量%の範囲から選択するのが好ましい。

## 【0057】

かかる微粒子としては外部添加微粒子が好ましい。外部添加微粒子としては炭酸カルシウム、コロイダルシリカ、凝集シリカ、アルミナ、有機微粒子などの単分散微粒子あるいは凝集粒子でよいが、粗大な突起を減少させる等の観点から、単分散微粒子、特に球状シリカ微粒子、架橋有機微粒子が主たる微粒子として含有される場合が好ましい。

## 【0058】

また、粒径の異なる微粒子を組合せて（例えばコロイダルシリカと炭酸カルシウム、有機微粒子とアルミナなど）添加してもよく、有機微粒子としては、架橋ジビニルベンゼン微粒子、架橋シリコーン樹脂微粒子などが例示できる。2種類の微粒子を用いる場合は、含有される微粒子の平均粒径は小さい方の微粒子（A）が  $0.01\text{ }\mu\text{m}$  以上  $0.5\text{ }\mu\text{m}$  以下、好ましくは  $0.05\text{ }\mu\text{m}$  以上  $0.4\text{ }\mu\text{m}$  未満、更に好ましくは、 $0.1\text{ }\mu\text{m}$  以上  $0.3\text{ }\mu\text{m}$  未満である。この平均粒径が  $0.01\text{ }\mu\text{m}$  未満では表面の易滑性が十分ではなく、一方  $0.5\text{ }\mu\text{m}$  超では記録出力が低下するため好ましくない。含有量は所定の表面粗さを得るために  $0.1\sim 0.5$  重量%の範囲、好ましくは  $0.1\sim 0.4$  重量%の範囲、特に好ましくは  $0.1\sim 0.3$  重量%の範囲である。

## 【0059】

また、大きい方の微粒子（B）は、 $0.1\text{ }\mu\text{m}$  以上  $1.0\text{ }\mu\text{m}$  以下、好ましくは  $0.1\text{ }\mu\text{m}$  以上  $0.6\text{ }\mu\text{m}$  未満、更に好ましくは  $0.2\text{ }\mu\text{m}$  以上  $0.4\text{ }\mu\text{m}$  未満である。この平均粒径が  $0.1\text{ }\mu\text{m}$  未満では表面の易滑性が不十分であり、一

方 1.  $0\ \mu\text{m}$  超では記録出力が低下するため好ましくない。含有量は所定の摩擦係数を得るため  $0.001\sim 0.1$  重量% 範囲、好ましくは  $0.005\sim 0.05$  重量%、特に好ましくは  $0.005\sim 0.03$  重量% である。

#### 【0060】

また、微粒子 (A)、(B) は球状シリカ微粒子あるいは架橋有機微粒子から選択された微粒子であることが好ましい。

#### 【0061】

##### 〔易接着層〕

本発明の二軸配向ポリエステルフィルムには、巻取り性を良くするためにコロイド粒子、特に単分散粒子を含有させた易接着層をフィルム表面に積層してもよい。この層は磁性層との接着性を向上する層であるが、コロイド粒子を層の表面に保持している為に易滑層にもなる。

#### 【0062】

前記コロイド粒子の平均粒径は  $10\sim 200\ \text{nm}$ 、好ましくは  $10\sim 100\ \text{nm}$ 、更に好ましくは  $10\sim 60\ \text{nm}$  である。この平均粒径が  $10\ \text{nm}$  未満では粒子が小さすぎて、耐ブロッキング性や磁性層の耐削れ性に対する効果が充分発揮できず、他方  $200\ \text{nm}$  を超えると粒子が削れ落ちやすくなり、ベースの耐削れ性が悪くなる。さらにこのコロイド粒子は、下式 (4) で表される体積形状係数 ( $f$ ) が  $0.4\sim \pi/6$  の範囲にあることが好ましい。

#### 【0063】

##### 【数 6】

$$f = V/D^3 \quad (4)$$

(式 (4) で、 $f$  は体積形状係数、 $V$  は粒子の平均体積 ( $\mu\text{m}^3$ )、 $D$  は粒子の平均最大径 ( $\mu\text{m}$ ) である。)

塗布方法としては、例えばロールコート法、グラビアコート法、リバースコート法、ロールブラッシュ法、スプレーコート法、エアナイフコート法、含浸法及びカーテンコート法などを単独又は組合せて運用できるが、好ましくはロールコート法、例えば 3 本リバースロールコート法が好ましい。

#### 【0064】

塗液の塗布は二軸配向ポリエステルフィルムに施してもよいが、縦一軸延伸ポリエステルフィルムに施すのが好ましい。

#### 【0065】

水性塗液を塗布した一軸延伸ポリエステルフィルムは、乾燥、横延伸、所望により再縦延伸、次いで熱固定処理等の工程に導かれる。例えば水性塗液を塗布した縦一軸延伸ポリエステルフィルムは、ステーターに導かれて横延伸、所望により再縦延伸、及び熱固定される。この間塗布液は乾燥し、フィルム上に薄い皮膜、例えば連続皮膜を形成する。乾燥は横延伸前或いは横延伸時に行うと良い。

#### 【0066】

##### [二軸配向ポリエステルの製造方法]

本発明の二軸配向ポリエステルフィルムは、逐次二軸延伸法に準じて製造されたものが好ましいが、同時二軸延伸法によって製造されたものや、簡易な試験装置で製造されたものであってよい。

#### 【0067】

例えば、十分に乾燥されたポリエステル樹脂を融点～（融点＋70）℃の温度で熔融押出し、平均目開き 20  $\mu\text{m}$  以下の高精度フィルターにてろ過し、キャストドラム上で急冷して未延伸フィルムとし、次いで該未延伸フィルムを逐次又は同時二軸延伸し、熱固定する方法で製造することができる。

#### 【0068】

本発明において、二軸配向ポリエステルフィルムにおける粗大突起の原因物としては、フィルム中の不活性微粒子の凝集や、ゴミとして混入したものであることが多いので、熔融製膜時のポリマーろ過を強化し、フィルターの目開きを 20  $\mu\text{m}$  以下のフィルターを使用するのが好ましい。

#### 【0069】

二軸延伸は逐次二軸延伸が好ましく、その際未延伸フィルムを縦方向に 70～170℃で 2.3～5.8 倍延伸する。この時、屈折率のフィルム表裏差が 0.002 以下になるように、延伸時のフィルム表面温度の表裏差が 20℃以下になる様に延伸温度を調整、または延伸前に補助加熱を実施するのが好ましい。

#### 【0070】

次いで、ステンターにて横方向に70～170℃で2.3～5.8倍延伸し、その後150～250℃の温度で緊張下又は制限収縮下で熱固定するのが好ましい。熱固定時間は10～30秒が好ましい。また縦方向及び横方向の延伸条件は得られる二軸配向ポリエステルフィルムの物性が両方向にほぼ等しくなり面内各方向のヤング率が5 GPa以上で、最大値と最小値の差が1 GPa以下になる様な条件を選択する。同時二軸延伸の場合、上記延伸温度、延伸倍率、熱固定温度等を適用することができる。

#### 【0071】

また、必要に応じて二軸延伸ポリエステルフィルムをさらに縦方向及び／又は横方向に再延伸する、いわゆる3段延伸法、4段延伸法も採用することができる。

#### 【0072】

##### 【実施例】

以下、実施例をあげて本発明をさらに説明する。なお、例中の「部」は重量部を意味する。また、本発明における種々の物性値および特性は以下の如く測定されたものであり、かつ定義される。

#### 【0073】

##### (1) 微粒子の平均粒径 (DP)

島津製作所製CP-50型セントリフュグル パーティクル サイズ アナライザー (Centrifugal Particle Size Analyzer) を用いて測定する。得られる遠心沈降曲線を基に算出した各粒径の粒径とその存在量との積算曲線から、50マスパーセントに相当する粒径を読み取り、この値を上記平均粒径とする (Book「粒度測定技術」日刊工業新聞社発行、1975年、頁242～247参照)。

#### 【0074】

##### (2) フィルムの全体の厚み

ゴミの入らないようにしてフィルムを10枚重ね、打点式電子マイクロメータにて厚みを測定し、1枚当たりのフィルム厚みを計算する。

#### 【0075】

### (3) 熱収縮率

温度 105℃ に設定されたオープン中にあらかじめ正確な長さを測定した長さ約 30 cm 四方のフィルムを無荷重で入れ、30 分間保持処理した後取出し、室温に戻してからその寸法の変化を読取る。長さの読取り方向は、フィルムの長手方向の一方を 0° 方向とし、フィルム平面上で平面に向かって右廻りに方向を 10° 刻みに変えて定まる 0° 方向、20° 方向、30° 方向、40° 方向、50° 方向、60° 方向、70° 方向、80° 方向、90° 方向、100° 方向、110° 方向、120° 方向、130° 方向、140° 方向、150° 方向、160° 方向及び 170° 方向の各方向とする。これらの方向での熱収縮率のうち最大のものと最小のものを求めた。尚、熱処理前の長さ ( $L_0$ ) と熱処理による寸法変化量 ( $\Delta L$ ) より、次式 (2) で熱収縮率を求めた。

【0076】

【数 7】

$$\text{熱収縮率} = (\Delta L / L_0) \times 100 [\%] \dots\dots (5)$$

【0077】

### (4) ヤング率

フィルムの長手方向の一方を 0° 方向とし、フィルム平面上で平面に向かって右廻りに方向を 10° 刻みに変えて定まる 0° 方向、20° 方向、30° 方向、40° 方向、50° 方向、60° 方向、70° 方向、80° 方向、90° 方向、100° 方向、110° 方向、120° 方向、130° 方向、140° 方向、150° 方向、160° 方向及び 170° 方向の各方向について、幅 10 mm のフィルムをサンプリングした。このサンプルをチャック間長さ 100 mm となるように引張試験機にセットし、23℃、65% RH の条件下で引張速度 200 mm / 分で引張試験を用いて測定する。これらの方向でのヤング率のうち最大のものと最小のものを求めた。

【0078】

### (5) フィルムの表面粗さ (中心線平均表面粗さ $R_a$ )

(株) 小坂研究所製の触針式表面粗さ計を用いて、フィルムの長手方向においてフィルム両面につき、触針荷重 80 mg、測定長 4 mm、カットオフ 0.25

mmの条件で測定する。なお、Raの定義は、例えば奈良治郎著「表面粗さの測定・評価法」（総合技術センター、1983）に示されているものである。

#### 【0079】

##### (6) 凝集率

フィルム表面をプラズマエッチングし、走査型顕微鏡にて、倍率3万倍にて観察し、微粒子の凝集率を次式(6)より求めた。

#### 【0080】

##### 【数8】

$$\text{凝集率} = (\text{凝集個数} / \text{全微粒子数}) \times 100 [\%] \dots\dots (6)$$

式(6)で、全微粒子数は微粒子を1ヶとして全てカウントした微粒子個数、凝集個数は凝集微粒子の固まりを1ヶとしてカウントした固まり個数である。尚、微粒子が完全についているものを凝集として定義した。図1にカウント例を示す。図1は全微粒子数が13個、凝集個数（微粒子が2個以上凝集した凝集微粒子）が3個の場合の例であり、凝集率は23%である。

#### 【0081】

##### (7) 巻取り性

スリット時の巻取り条件を最適化したのち、幅1000mm×3,000mのサイズで、100ロールを速度100m/分でスリットし、スリット後のフィルム表面に、ブツ状、突起やシワのないロールを良品として、以下の基準にて巻取り性を評価した。

- ◎ : 良品ロールの本数80本以上
- : 良品ロールの本数60～79本
- × : 良品ロールの本数59本以下

#### 【0082】

##### (8) 粗大突起および付着物

測定する面を、中心線表面粗さRaが1.5nmで、10点平均高さRzが10nmである二軸配向ポリエチレンテレフタレートフィルムと重ね合わせ、密着させてナトリウムD線(589nm)を光源として、測定面積は100cm<sup>2</sup>で、高突起による1リング以上の干渉縞の個数をカウントし、エラー(D/O)の

評価をした。

- ◎ : 10ヶ/100 cm<sup>2</sup> 未満
- : 10ヶ/100 cm<sup>2</sup> 以上、20ヶ/100 cm<sup>2</sup> 未満
- × : 20ヶ/100 cm<sup>2</sup> 以上

#### 【0083】

##### (9) 屈折率

ナトリウムD線(589 nm)を光源として、アッペ式屈折計を用いて、中間液にイオウよう化メチレンを使用し、フィルム面内方向に10度ピッチでサンプリングし、表と裏面の屈折率測定する。(長手方向を0度として右回りに測定)

#### 【0084】

##### (10) ガラス転移点(T<sub>g</sub>)

サンプル約10 mgを測定用のアルミニウム製パンに封入して示差熱量計(デュポン社製・V4. OB2000型DSC)に装着し、25℃から20℃/分の速度で300℃まで昇温させ、300℃で1分間保持した後取出し、直ちに氷の上に移して急冷する。このパンを再度示差熱量計に装着し、25℃から20℃/分の速度で昇温させてガラス転移温度(T<sub>g</sub>:℃)を測定する。

#### 【0085】

##### (11) 融点(T<sub>m</sub>)

サンプル約10 mgを測定用のアルミニウム製パンに封入して示差熱量計(デュポン社製・V4. OB2000型DSC)に装着し、25℃から20℃/分の速度で300℃まで昇温させ、300℃で1分間保持した後取出し、直ちに氷の上に移して急冷する。このパンを再度示差熱量計に装着し、25℃から20℃/分の速度で昇温させて融点(T<sub>m</sub>:℃)を測定する。

#### 【0086】

##### (12) 固有粘度

ポリエステルの固有粘度(I V: dl/g)は、25℃のo-クロロフェノール溶液で測定する。

#### 【0087】

##### [実施例1]

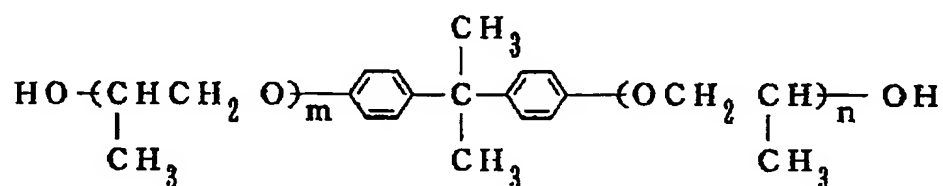


### ＜共重合ポリエステル樹脂の製造＞

ナフタレン-2, 6-ジカルボン酸ジメチル 90 部、イソフタル酸ジメチル 6 部、5-ナトリウムスルホイソフタル酸 4 部、エチレングリコール 70 部及び下記構造式で示されるビスフェノール A のプロピレンオキサイド付加物 30 部をエステル交換反応器に仕込み、これにテトラブトキシチタン 0.05 部を添加して窒素雰囲気下で温度を 230℃ にコントロールして加熱し、生成するメタノールを留去させてエステル交換反応を行った。

【0088】

【化 4】



(但し、 $m+n=4$  (平均値))

次いで、この反応系に、イルガノックス 1010 (チバガイギー社製) を 0.6 部添加した後、温度を徐々に 255℃ まで上昇させ、系内を 1 mmHg の減圧にして重縮合反応を行い、固有粘度 0.64 の共重合ポリエステル樹脂を得た。

【0089】

### ＜ポリエステル水分散体の調製＞

この共重合ポリエステル樹脂 20 部をテトラヒドロフラン 80 部に溶解し、得られた溶液に 10000 回転/分の高速攪拌下で水 180 部を滴下して青みがかった乳白色の分散体を得た。次いで、この分散体を 20 mmHg の減圧下で蒸留し、テトラヒドロフランを留去した。かくして固形分濃度 10 wt % のポリエステル水分散体を得た。

【0090】

かくして得られたポリエステル水分散体 100 部に対し平均粒径 50 nm の架橋アクリル微粒子 10 部および界面活性剤としてポリオキシエチレンノニルフェニルエーテル 14 部からなる組成の水系塗液 (固形分濃度 1.8 wt %) を作成した。

## 【0091】

## ＜ポリエステルフィルムの製造＞

ジメチルー 2, 6-ナフタレート 100部とエチレングリコール 70部の混合物に、トリメリット酸チタン 5mmol%を加圧反応が可能な SUS 製容器に仕込み、0.07MPaの加圧を行い 140℃から 240℃に昇温しながらエステル交換反応させた後、トリメチルホスフェート 30mmol%を添加し、実質的にエステル交換反応を終了させた後、平均粒径 0.3  $\mu$ m の架橋シリコン微粒子を 0.01重量%、平均粒径 0.1  $\mu$ m のシリカ微粒子を 0.3重量%添加した。

## 【0092】

その後反応生成物を重合容器に移し、290℃まで昇温させ、0.2mmHg以下の高真空にて重縮合反応を行って、固有粘度 0.60、ジエチレングリコール量が 1.5%であるポリエステル樹脂組成物 ( $T_m$ : 269℃、 $T_g$ : 121℃)を得た。

## 【0093】

該ポリエチレン-2, 6-ナフタレートのペレットを 170℃で 6時間乾燥後、押出機ホッパーに供給し、熔融温度 280~300℃で熔融し、平均目開き 10  $\mu$ m の高精度フィルターにてろ過し、ダイより表面仕上げ 0.3S 程度、表面温度 60℃の回転冷却ドラム上に押出し、厚み 650  $\mu$ m の未延伸フィルムを得た。

## 【0094】

このようにして得られた未延伸フィルムを 120℃に予熱し、更に低速、高速のロール間で 15mm 上方、下方よりそれぞれ 900℃、800℃の表面温度の IR ヒーターにて加熱して、延伸時のフィルム表面温度を上方側 145℃、下方側 150℃にて 3.5 倍に延伸し、冷却した後、前記で調整した塗布液を一軸延伸フィルムの両面に dry の状態で、30nm になる様に塗布した。次いでステーターに供給し、145℃にて横方向に 3.7 倍に延伸した。得られた二軸配向フィルムを 230℃の熱風で 10 秒間熱固定し、厚み 50  $\mu$ m の二軸配向ポリエステルフィルムを得た。得られたフィルムの特性を表 1 に示す。

## 【0095】

表1から明らかなようにエラー(D/O)が少なく巻取り性にも優れていた。

## 【0096】

## [実施例2]

滑剤(微粒子)として、平均粒径0.1  $\mu$ mの球状シリカ微粒子0.15重量%を添加し、塗液を塗布しない以外は実施例1に準じて、二軸配向ポリエステルフィルムを得た。得られたフィルムの特性を表1に示す。表1から明らかなようにエラー(D/O)が少なく、巻取り性にも優れていた。

## 【0097】

## [比較例1]

滑剤(微粒子)を添加しない以外は実施例1に準じて、二軸配向ポリエステルフィルムを得た。得られたフィルムの特性を表1に示す。表1から明らかなように表面性が平坦過ぎるため、巻取り性が不良であった。

## 【0098】

## [比較例2]

滑剤(微粒子)として、平均粒径0.6  $\mu$ mの炭酸カルシウム微粒子0.04重量%、平均粒径0.1  $\mu$ mの球状シリカ微粒子0.3重量%添加した以外は実施例1に準じて、二軸配向ポリエステルフィルムを得た。得られたフィルムの特性を表1に示す。表1から明らかなように表面性が粗すぎるため、エラー(D/O)が不良であった。

## 【0099】

## [比較例3]

エステル交換触媒として酢酸マンガンを30mmol%、重合触媒として三酸化アンチモンを40mmol%、安定剤として亜燐酸20mmol%を使用した以外は実施例1に準じて、二軸配向ポリエステルフィルムを得た。得られたフィルムの特性を表1に示す。表1から明らかなように微粒子の凝集による粗大突起、またフィルム削れにより、エラー(D/O)が不良であった。

## 【0100】

## [比較例4]

ジメチルテレタレート 1 0 0 部とエチレングリコール 7 0 部の混合物に、トリメリット酸チタン 5 mm o 1 % を加圧反応が可能な S U S 製容器に仕込み、0 . 0 7 M P a の加圧を行い 1 4 0 ° C から 2 4 0 ° C に昇温しながらエステル交換反応させた後、トリメチルホスフェート 3 0 mm o 1 % を添加し、実質的にエステル交換反応を終了させた後、平均粒径 0 . 3  $\mu$  m の架橋シリコーン微粒子を 0 . 0 1 重量%、平均粒径 0 . 1  $\mu$  m のシリカ微粒子を 0 . 3 重量% 添加した。

#### 【0 1 0 1】

その後反応生成物を重合容器に移し、2 9 0 ° C まで昇温させ、0 . 2 mm H g 以下の高真空にて重縮合反応を行って、固有粘度 0 . 6 0、ジエチレングリコール量が 1 . 5 % であるポリエステル樹脂組成物 ( T m : 2 5 8 ° C、T g : 7 8 ° C ) を得た。

#### 【0 1 0 2】

該ポリエチレンテレフタレートのペレットを 1 7 0 ° C で 3 時間乾燥後、押出機ホッパーに供給し、熔融温度 2 8 0 ~ 3 0 0 ° C で熔融し、平均目開き 1 0  $\mu$  m の高精度フィルターにてろ過し、ダイより表面仕上げ 0 . 3 S 程度、表面温度 6 0 ° C の回転冷却ドラム上に押出し、厚み 6 8 0  $\mu$  m の未延伸フィルムを得た。

#### 【0 1 0 3】

このようにして得られた未延伸フィルムを 1 2 0 ° C に予熱し、更に低速、高速のロール間で 1 5 mm 上方、下方よりそれぞれ 7 5 0 ° C、7 0 0 ° C の表面温度の I R ヒーターにて加熱して、延伸時のフィルム表面温度を上方側 1 4 5 ° C、下方側 1 5 0 ° C にて 3 . 5 倍に延伸し、冷却した後、前記で調整した塗布液を一軸延伸フィルムの片面に d r y の状態で、3 0 n m になる様に塗布した。次いでステンターに供給し、1 4 5 ° C にて横方向に 3 . 9 倍に延伸した。得られた二軸配向フィルムを 2 3 0 ° C の熱風で 1 0 秒間熱固定し、厚み 5 0  $\mu$  m の二軸配向ポリエステルフィルムを得た。得られたフィルムの特性を表 1 に示す。表 1 から明らかなように熱収縮率が大きく、平面性が悪くなり、エラー ( D / O ) が不良であった。

#### 【0 1 0 4】

【表 1】

	単位	実施例1	実施例2	比較例1	比較例2	比較例3	比較例4
ポリマー		PEN	PEN	PEN	PEN	PEN	PET
不活性粒子							
第1成分							
種類		架橋シリコン	球状シリカ		炭カル	架橋シリコン	架橋シリコン
平均粒径	μm	0.3	0.1		0.6	0.3	0.3
含有量	wt%	0.01	0.15		0.04	0.01	0.01
第2成分							
種類		球状シリカ			球状シリカ	球状シリカ	球状シリカ
平均粒径	μm	0.1			0.1	0.1	0.1
含有量	wt%	0.3			0.3	0.3	0.3
中心線平均粗さ							
Ra (a面)		5.5	2.5	1.5	12	5.5	5.5
Ra (d面)		5.5	2.5	1.5	12	5.5	5.5
凝集率	%	14	14	0	14	37	14
ヤング率							
最大値	GPa	7.3	7.3	7.3	7.3	7.3	5.5
最小値	GPa	6.7	6.7	6.7	6.7	6.7	5.0
熱収縮率							
最大値	%	0.1	0.1	0.1	0.1	0.1	1.1
最小値	%	0.1	0.1	0.1	0.1	0.1	0.6
エラー(D/O)		○	◎	◎	×	×	×
巻き取り性		◎	○	×	◎	◎	◎

## 【0105】

尚、表1の中心線平均粗さ及び表面傷の欄で、(a面)はフィルムを製膜した際に冷却ドラムに接しなかった側の面、(d面)はフィルムを製膜した際に冷却ドラムに接した側の面であることを示す。

## 【0106】

## 【発明の効果】

本発明の二軸配向ポリエステルフィルムはフレキシブルディスク、特に高密度磁気ディスクに有用なベースフィルムとして優れた特性を有している。

## 【図面の簡単な説明】

## 【図1】

本発明における凝集率を算出する例を示した説明図である。

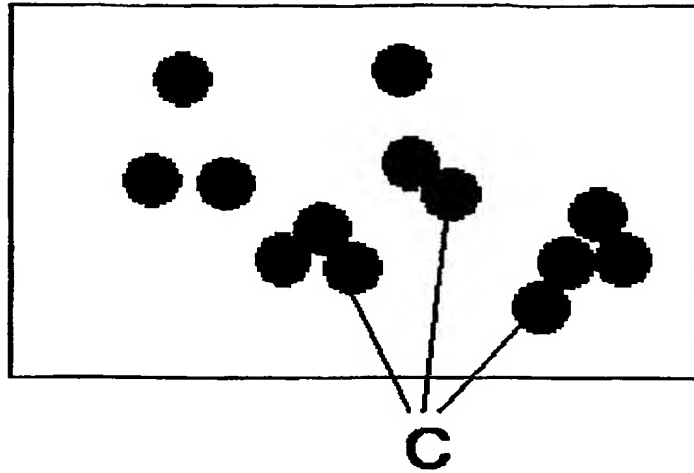
## 【符号の説明】

C：凝集している微粒子

【書類名】

図面

【図 1】



【書類名】 要約書

【要約】

【課題】 表面が平坦で、かつ微粒子の凝集による粗大突起が少なく、高強度でかつ熱収縮率が小さく、フレキシブルディスク、特に高密度磁気ディスク用ベースフィルムとして、エラー（D/O）が少なく、ヘッド当たり、また寸法安定性に優れたベースフィルムを提供する。

【解決手段】 ポリエステルを主たる構成成分とする二軸配向ポリエステルフィルムであって、該フィルム両面の長手方向における中心線平均粗さ（R<sub>a</sub>）がそれぞれ2～10nmの範囲であり、フィルム中に含有される微粒子の凝集率が30%以下であり、フィルムの長手方向を0°方向とし、フィルム平面上で平面に向かって右廻りに方向を10°刻みに変えて定まる0°方向乃至170°方向の各方向においてフィルムのヤング率が5GPa以上、ヤング率の最大値と最小値の差が1GPa以下であり、かつ該フィルムの0°方向乃至170°方向の各方向の熱収縮率（105℃、30分）が0.6%以下、熱収縮率の最大値と最小値の差が0.3%以下であることを特徴とするフレキシブルディスクに用いる二軸配向ポリエステルフィルム。

【選択図】 なし

特願 2 0 0 2 - 3 0 9 3 9 2

出 願 人 履 歴 情 報

識別番号

[ 3 0 1 0 2 0 2 2 6 ]

1. 変更年月日

2 0 0 1 年 3 月 1 9 日

[変更理由]

新規登録

住 所

東京都千代田区内幸町二丁目 1 番 1 号

氏 名

帝人デュポンフィルム株式会社



63

**This Page is Inserted by IFW Indexing and Scanning  
Operations and is not part of the Official Record**

**BEST AVAILABLE IMAGES**

Defective images within this document are accurate representations of the original documents submitted by the applicant.

Defects in the images include but are not limited to the items checked:

- ☐ **BLACK BORDERS**
- ☐ **IMAGE CUT OFF AT TOP, BOTTOM OR SIDES**
- ☐ **FADED TEXT OR DRAWING**
- ☐ **BLURRED OR ILLEGIBLE TEXT OR DRAWING**
- ☐ **SKEWED/SLANTED IMAGES**
- ☐ **COLOR OR BLACK AND WHITE PHOTOGRAPHS**
- ☐ **GRAY SCALE DOCUMENTS**
- ☐ **LINES OR MARKS ON ORIGINAL DOCUMENT**
- ☐ **REFERENCE(S) OR EXHIBIT(S) SUBMITTED ARE POOR QUALITY**
- ☐ **OTHER:** \_\_\_\_\_

**IMAGES ARE BEST AVAILABLE COPY.**

**As rescanning these documents will not correct the image problems checked, please do not report these problems to the IFW Image Problem Mailbox.**